

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-335128

(43)Date of publication of application : 18.12.1998

(51)Int.Cl.

H01F 1/22  
B22F 1/00  
B22F 3/00  
H01F 41/02  
// B22F 3/24  
B22F 3/26

(21)Application number : 10-092848

(22)Date of filing : 20.03.1998

(71)Applicant : TDK CORP

(72)Inventor :  
ENDOU SHINJI  
TSUKADA GAKUO  
KANASUGI MASAOKI  
OKADA KAZUHIRO  
MORO EIJI  
YAMAGUCHI NORISHIGE

(30)Priority

Priority number : 09 96731      Priority date : 31.03.1997      Priority country : JP

(54) FERROMAGNETIC POWDER FOR DUST CORE, DUST CORE AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To enhance mechanical strength with high magnetic flux density, low coercive force and low loss by a method wherein a specific capacitance of titanium oxide sol and/or zirconium oxide sol is added to ferromagnetic metal powder.  
**SOLUTION:** Titanium oxide sol and/or zirconium oxide sol of 0.1 to 10 vol.% in terms of TiO<sub>2</sub> and ZrO<sub>2</sub> is added to ferromagnetic metal powder in this ferromagnetic powder for a dust core. The size of the titanium oxide particle and the zirconium oxide particle contained in the sol is desirably 0.01 to 0.1  $\mu$ m in average particle diameter. Heat resisting resin may be added to the sol. The desirable adding quantity of the heat resisting resin to the ferromagnetic metal powder is 0.1 to 10 vol.%. As a result, the dust core having high magnetic flux density, low coercive force, low loss and high mechanical strength can be obtained.

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-335128

(43) 公開日 平成10年(1998)12月18日

|                            |                  |      |            |  |     |                |
|----------------------------|------------------|------|------------|--|-----|----------------|
| (51) Int. Cl. <sup>a</sup> |                  | 識別記号 | F I        |  |     |                |
| H01F 1/22                  |                  |      | H01F 1/22  |  |     |                |
| B22F 1/00                  |                  |      | B22F 1/00  |  | Y   |                |
| 3/00                       |                  |      | 3/00       |  | B   |                |
| H01F 41/02                 |                  |      | H01F 41/02 |  | D   |                |
| // B22F 3/24               |                  |      | B22F 3/24  |  | A   |                |
|                            |                  | 審査請求 | 未請求        | 請求項の数 7  | F D | (全 7 頁) 最終頁に続く |
| (21) 出願番号                  | 特願平10-92848      |      | (71) 出願人   | 000003067<br>ティーディーケイ株式会社<br>東京都中央区日本橋1丁目13番1号 |     |                |
| (22) 出願日                   | 平成10年(1998)3月20日 |      | (72) 発明者   | 遠藤 真視<br>東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内       |     |                |
| (31) 優先権主張番号               | 特願平9-96731       |      | (72) 発明者   | 塚田 岳夫<br>東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内       |     |                |
| (32) 優先日                   | 平9(1997)3月31日    |      | (72) 発明者   | 金杉 将明<br>東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内       |     |                |
| (33) 優先権主張国                | 日本 (J P)         |      | (74) 代理人   | 弁理士 石井 陽一<br>最終頁に続く                            |     |                |

(54) 【発明の名称】 圧粉コア用強磁性粉末、圧粉コアおよびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高磁束密度、低保磁力、低損失であって、機械的強度の高い圧粉コア、そのための強磁性粉末、およびその製造方法を実現する。

【解決手段】 強磁性金属粉末に対し、酸化チタンゾルおよび/または酸化ジルコニウムゾルが、0.1～10 vol%添加されている圧粉コア用強磁性粉末を用い、圧粉コアを得る。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 強磁性金属粉末に対し、酸化チタンゾルおよび／または酸化ジルコニウムゾルが、0. 1～1 0 vol%添加されている圧粉コア用強磁性粉末。

【請求項 2】 酸化チタンおよび／または酸化ジルコニウムゾルの平均粒径が 0. 0 1～0. 1  $\mu\text{m}$  である請求項 1 の圧粉コア用強磁性粉末。

【請求項 3】 さらに耐熱性樹脂を強磁性金属粉末に対し 0. 1～1 0 vol%添加した請求項 1 または 2 の圧粉コア用強磁性粉末。

【請求項 4】 前記強磁性金属粉末が鉄である請求項 1 ～3 のいずれかの圧粉コア用強磁性粉末。

【請求項 5】 請求項 1 ～4 のいずれかの圧粉コア用強磁性粉末を加圧成型した圧粉コア。

【請求項 6】 加熱処理後樹脂が含まれている請求項 5 の圧粉コア。

【請求項 7】 加圧成型した後、4 0 0～7 0 0℃で加熱処理して請求項 5 または 6 のコアを得る圧粉コアの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】本発明は、トランスやインダクタ等の磁心、モーター用コア、その他の電磁部品に用いる圧粉コアと、この圧粉コア用の強磁性粉末と、この圧粉コアの製造方法とに関する。

## 【0 0 0 2】

【従来の技術】従来、電子機器用インダクタンス素子のコアとして、珪素鋼板の抜板を積層した積層珪素鋼板コアが多用されている。しかし、積層型のコアでは、生産の自動化をはかることが難しく、特に、モーター等の駆動機器用のコアは形状が複雑であるため、打ち抜きによる材料歩留まりが著しく低くなってしまい、また、3 次元形状のものを作製するためには加工工数が多くなってしまふ。

【0 0 0 3】これに対し、軟磁性金属粉末を水ガラス等のバインダを用いて結着したいわゆる圧粉コアが知られており、上記軟磁性金属粉末としては鉄粉、パーマロイ粉、センダスト粉等が用いられている。圧粉コアは、複雑な形状であっても一体的に成形加工でき、また、材料歩留まりは実質的に 1 0 0 %となるので、積層型コアの代替品としての用途が期待されている。

【0 0 0 4】しかし、上記したパーマロイ粉やセンダスト粉等の強磁性合金粉末は、保磁力は低いものの磁束密度が低いので、駆動機器に従来用いられている積層珪素鋼板コアの代替品として使用することはできない。

【0 0 0 5】一方、鉄粉に関しては、電解鉄粉や水アトマイズ鉄粉等の各種製法によるものが市販されているが、いずれも保磁力が 2 0e 以上と珪素鋼板に対抗できるほど低くなく、また 1 0e 程度の保磁力が得られるガスマイズ鉄粉は極めて高価で、積層珪素鋼板コアの

代替用途には適合しない。

【0 0 0 6】前者の軟磁性合金粉末に関しては、合金であるために本質的に粉体の硬度が高く、圧粉体にした場合に圧縮率が低くなって珪素鋼板と同等の磁束密度が得られないと考えられるのに対し、後者の鉄粉末に関しては、粒径 1 5 0  $\mu\text{m}$  程度の場合、磁性体ハンドブック

(朝倉書店発行) 記載の純鉄板材の保磁力(約 0. 4 0 e ) 近くまで低くできる可能性があり、低保磁力と高磁束密度とを両立できると考えられる。

10 【0 0 0 7】圧粉コアの特性改善については種々の提案がなされている。

【0 0 0 8】例えば、特開昭 6 2 - 7 2 1 0 2 号公報には、酸素量 0. 1 5～0. 5 重量%、平均粒径 4 0～1 7 0  $\mu\text{m}$ 、平均アスペクト比 4～2 5 の圧粉磁心用鉄粉が記載されている。同公報では、鉄粒子の酸素被膜が粒子間の絶縁を担い、渦電流損失を低減するが、約 1 MHz 程度以上の高周波帯域を対象とするため、酸素量を比較的多くしている。同公報ではエポキシ樹脂をバインダとして用いて圧粉磁心を作製しているため、保磁力低減のための高温の焼鈍処理ができず、ヒステリシス損失が大きくなってしまふ。

20 【0 0 0 9】また、特開昭 6 1 - 8 2 4 0 2 7 号公報には、実施例として平均粒径 5 4  $\mu\text{m}$  の鉄粉と平均粒径 0. 3  $\mu\text{m}$  の酸化チタン粉末、あるいは平均粒径 1  $\mu\text{m}$  の酸化ジルコニウム粉末とを混合する点、および前記酸化チタン粉末を添加して加圧成形して鉄心を得る点が記載されている。また、特開昭 6 3 - 2 6 0 0 0 5 号公報には、- 2 0 0 メッシュの鉄粉に、粒径が 1  $\mu\text{m}$  以下の酸化シリコンを添加して磁心を得る点が記載されている。しかし、これらの圧粉コアは、( 1 ) コアロスが高い。( 2 ) 絶縁に必要な絶縁材の量が多いため高い磁束密度が得られない。( 3 ) 高温でアニールできないため、成型時に生じた歪みが十分緩和できず、保磁力を低下することが困難である等の問題があった。また、この出願の発明者はこれらの出願をもとに、同様な圧粉コアを作製しているが、この場合も損失の点で不十分である。

## 【0 0 1 0】

30 【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、高磁束密度、低保磁力、低損失であって、機械的強度の高い圧粉コアとそのための強磁性粉末、圧粉コアの製造方法を実現することである。

## 【0 0 1 1】

【課題を解決するための手段】このような目的は、

( 1 ) ～ ( 7 ) のいずれかの構成により達成される。

( 1 ) 強磁性金属粉末に対し、酸化チタンゾルおよび／または酸化ジルコニウムゾルが、0. 1～1 0 vol%添加されている圧粉コア用強磁性粉末。

50 ( 2 ) 酸化チタンおよび／または酸化ジルコニウムゾルの平均粒径が 0. 0 1～0. 1  $\mu\text{m}$  である上記 ( 1 )

の圧粉コア用強磁性粉末。

( 3 ) さらに耐熱性樹脂を強磁性金属粉末に対し 0 . 1 ~ 1 0 vol % 添加した上記 ( 1 ) または ( 2 ) の圧粉コア用強磁性粉末。

( 4 ) 前記強磁性金属粉末が鉄である上記 ( 1 ) ~ ( 3 ) のいずれかの圧粉コア用強磁性粉末。

( 5 ) 上記 ( 1 ) ~ ( 4 ) のいずれかの圧粉コア用強磁性粉末を加圧成型した圧粉コア。

( 6 ) 加熱処理後樹脂が含まれている上記 ( 5 ) の圧粉コア。

( 7 ) 加圧成型した後、4 0 0 ~ 7 0 0 ° C で加熱処理して、上記 ( 5 ) または ( 6 ) のコアを得る圧粉コアの製造方法。

【 0 0 1 2 】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について詳細に説明する。本発明の圧粉コア用強磁性粉末は、酸化チタンゾルおよび/または酸化ジルコニウムゾルを、それぞれ  $TiO_2$ 、 $ZrO_2$  に換算して、強磁性金属粉末に対し 0 . 1 ~ 1 0 vol % 添加したものである。

【 0 0 1 3 】酸化チタンゾル、酸化ジルコニウムゾルのように微少粒子で、しかもゾルのように溶媒中に均一に分散された態様のものを強磁性金属粉末に添加することにより、少量で均一な絶縁被膜ができ、高い磁束密度を有しながら高い絶縁性を有することができる。

【 0 0 1 4 】酸化チタンゾル、酸化ジルコニウムゾルは、負に帯電した無定形酸化チタン、酸化ジルコニウム粒子が水中または有機分散媒中に分散してコロイド状をなしているものであり、その粒子表面には  $-TiOH$  基、 $-ZrOH$  基が存在している。

【 0 0 1 5 】ゾル中に含まれる酸化チタン粒子、酸化ジルコニウム粒子の大きさは、好ましくは平均粒子径が 0 . 0 1 ~ 0 . 1  $\mu m$ 、より好ましくは 0 . 0 1 ~ 0 . 0 8  $\mu m$ 、特に 0 . 0 2 ~ 0 . 0 6  $\mu m$  が好ましい。これらの粒子のゾル中の含有量は 1 5 ~ 4 0 wt % 程度である。

【 0 0 1 6 】強磁性金属粉末に対する酸化チタンゾル、酸化ジルコニウムゾルの固形分換算の添加量、すなわち、酸化チタン、酸化ジルコニウム粒子の添加量は、0 . 1 ~ 1 0 vol %、好ましくは 0 . 1 ~ 5 . 0 vol %、特に 0 . 1 ~ 2 . 0 vol % である。酸化チタン、酸化ジルコニウムゾルの固形分換算の添加量が少なすぎると、圧粉コア中において強磁性金属粉末間の絶縁性が不十分となり、酸化チタン、酸化ジルコニウムゾルの固形分換算の添加量が多すぎると、圧粉コア中において  $TiO_2$ 、 $ZrO_2$  等の非磁性分が多くなって磁束密度が低くなってしまふ。これらは、それぞれ単独で用いてもよいし、両者を組み合わせて使用してもよい。その場合の量比は任意であるが、添加量は両者の総計が上記範囲内であることが必要である。

【 0 0 1 7 】これらのゾルは通常市販されている〔日産

化学工業 ( 株 ) NZ S - 2 0 A、NZ S - 3 0 A、NZ S - 3 0 B 等〕が、pH 値が低い場合には pH 7 程度に調整することが好ましい。pH 値が低いと、強磁性金属粉末が酸化することで非磁性の酸化物が増加し、磁束密度が低下したり保磁力の劣化を生じたりすることがある。また、これらゾルの溶媒には水系と非水系のものとがあり、後述する耐熱性樹脂と相溶する溶媒系のものが好ましいが、特に、エタノール、ブタノール、トルエン、キシレン等の非水系溶媒を用いたものが好ましく、市販のゾルが水系溶媒である場合には、必要により溶媒置換を行ってもよい。また安定剤として、塩素イオンやアンモニウム等を含有していてもよい。これらは通常乳白色のコロイド状を呈している。

【 0 0 1 8 】強磁性金属粉末としては、特に限定されるものではなく、例えば鉄、センダスト、ケイ化鉄、パーマロイ、窒化鉄、鉄アルミ合金等公知の磁性材料粉末から適宜選択して使用すればよく、中でも、現在のところ積層珪素鋼板を用いて製造されている比較的低周波領域向けのコアを代替する圧粉コアとするためには、飽和磁化の高い鉄粉末を用いることが好ましい。鉄粉末の製造方法は、アトマイズ法や電解法、電解鉄を機械的に粉砕する方法などのいずれであってもよい。

【 0 0 1 9 】鉄粉末を用いる場合、その平均粒子径は、好ましくは 5 0 ~ 2 0 0  $\mu m$ 、より好ましくは 7 5 ~ 1 0 0  $\mu m$  の範囲が好ましい。平均粒子径が小さすぎると保磁力が大きくなっていく。また、大きすぎると渦電流損失が大きくなっていく。なお、前記範囲の粒子径をもつ鉄粉末は、ふるい等による分級によって得ればよい。また、他の強磁性金属粉末もこの粒子径に準じたものが好ましい。

【 0 0 2 0 】本発明では上記ゾルに加えて、さらに耐熱性樹脂を添加してもよい。耐熱性樹脂を添加することにより、ゾル中の酸化チタン粒子、酸化ジルコニウム粒子が強磁性金属粉末の表面に付着し易くなり、表面を均一に覆うよう付着するのを補助する。また強度の向上にも効果があるが、強磁性金属粉末の表面が均一に覆われすぎると、強磁性金属粉末同士が滑り難くなり、加圧成型しても所定の密度が得られず、逆に強度の低下を招くことがあるため、使用するゾルの粒子や、強磁性金属粉末の種類、その粒子径等により適宜好適な樹脂を添加すればよい。耐熱性樹脂としては、特に限定されるものではないが、例えばシリコーン樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、フェノキシ樹脂、ポリアミド樹脂、ポリイミド樹脂、ポリフェニレンサルファイド ( P P S ) 樹脂等が挙げられる。熱分解温度は 6 0 0 ° C 以上のものが好ましい。これらの耐熱性樹脂の添加量は、強磁性金属粉末に対し、好ましくは 0 . 1 ~ 1 0 vol %、より好ましくは 0 . 1 ~ 1 . 0 vol % の範囲が好ましい。耐熱性樹脂として、例えばシリコーン樹脂の重量平均分子量は、通常約 7 0 0 ~ 3 3 0 0 の範囲が好ましく、フェノール樹

脂の数平均分子量は約 230～330 の範囲が好ましい。耐熱性樹脂が少なすぎるとコアの機械的強度の向上効果が得られない場合があり、耐熱性樹脂が多すぎると、コア中の非磁性分の比率が高くなってコアの磁束密度が低くなってしまふ。

【0021】耐熱性樹脂と強磁性金属粉末とを混合するときには、固体状または液状の耐熱性樹脂を溶液化して混合してもよく、液状の耐熱性樹脂を直接混合してもよい。液状の耐熱性樹脂の粘度は、25℃において好ましくは10～10000CP、より好ましくは1000～9000CPである。粘度が低すぎても高すぎても、強磁性金属粉末表面に均一な被膜を形成することが難しくなる。

【0022】次に本発明の圧粉コアの製造方法について説明する。

【0023】本発明では、上記強磁性金属粉末と酸化チタンゾルおよび／または酸化ジルコニウムゾルと必要により上記耐熱性樹脂とを混合する。強磁性金属粉末に鉄粉を用いる場合、混合する前に鉄粉に歪取り焼鈍のための加熱処理を施すことが好ましい。高温で加熱処理を施して鉄粉の保磁力を十分に低下させることが好ましい。鉄粉は、混合する前に酸化処理を施してもよい。この酸化処理により鉄粒子の表面付近に数十nm程度の薄い酸化膜を形成すれば、絶縁性向上が望める。この酸化処理は、空気等の酸化性雰囲気中で150～300℃で0.1～2時間程度加熱することにより行えばよい。この酸化処理を施した場合には、鉄粒子表面の濡れ性を改善するためにエチルセルロース等の分散剤等を用いてもよい。

【0024】そして、強磁性金属粉末と酸化チタンゾルおよび／または酸化ジルコニウムゾルと必要により上記耐熱性樹脂とを混合する際、ゾルは上記のゾル溶液として添加する。混合はライカイ機等を用い、好ましくは室温程度で、10～60分前後混合する。得られた混合物を、好ましくは100～300℃程度で10～60分前後乾燥を行い圧粉コア用強磁性粉末を得る。

【0025】乾燥後、成形前に、好ましくは圧粉コア用強磁性粉末に潤滑剤を添加する。潤滑剤は、成形時の粒子間の潤滑性を高めたり、金型からの離型性を向上させたりするために用いられる。潤滑剤には、圧粉コアに通常用いられている各種のものを選択でき、例えば、ステアリン酸、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム等の高級脂肪酸、その塩、あるいはワックス等の常温で固体の有機潤滑剤や、二硫化モリブデン等の無機潤滑剤などから適宜選択すればよい。潤滑剤の混合量は種類によっても異なるが、常温で固体の有機潤滑剤では鉄粉末に対し好ましくは0.1～1重量%とし、無機潤滑剤では圧粉コア用強磁性粉末に対し好ましくは0.1～0.5重量%とする。潤滑剤の混合量が少なすぎると添加による効果が不十分となってくる。また、混合量が多

すぎると、コアの透磁率が低くなってくる他、コアの強度が低くなってくる。

【0026】成形工程では、所望のコア形状に成形する。本発明が適用されるコア形状は特に限定されず、いわゆるトロイダル型、EE型、EI型、ER型、EPC型、ドラム型、ボット型、カップ型等の各種形状のコアの製造に本発明は適用できるが、本発明のコアは圧粉コアであるため、複雑形状のコアとすることができ、例えば図1に示されるような形状のコアとすることができ

10 図示されるコアは、ハードディスクドライブ等に適用されるブラシレスモータのステータコアである。このステータコアは、スロット2に巻線が巻かれ、磁極3からの漏洩磁束を利用する構成である。このため、トロイダルコア等の閉磁路として用いるコアに比べ、巻線による銅損が大きくなってしまふ。しかし、本発明により製造される圧粉コアはコア損失が小さいため、回路全体の損失を低く抑えることができる。図示されるステータコアは、スロット2の高さ方向の寸法を磁極3の高さ方向の寸法よりも小さく構成してあるので、多数の磁束を利用することができ、かつ小型化が可能である。このようなステータコアの寸法は、適用対象に応じて適宜決定すればよいが、通常、内径が3～20mm程度、径方向に測定したスロット長さが5～15mm程度であり、スロット数は7～40程度である。

【0027】圧粉条件は特に限定されず、鉄粉末の種類や粒子形状、寸法、目的とするコア形状やコア寸法、コア密度などに応じて適宜決定すればよいが、通常、最大圧力は6～20t/cm<sup>2</sup>程度、最大圧力に保持する時間は0.1秒間～1分間程度とする。

30 【0028】圧粉後、好ましくは加熱処理を施し、コアとしての磁気特性を向上させる。加熱処理は、粉末化や成形の際に鉄粒子に生じたストレスを解放するためのものであり、粒子を機械的に偏平化した場合には、それによるストレスも解放することができる。また、加熱処理により耐熱性樹脂が硬化し、圧粉体の密度が増大して機械的強度が向上する。

【0029】加熱処理の条件は、強磁性金属粉末の種類や、成形条件、偏平化条件などに応じて適宜決定すればよいが、処理温度は好ましくは400～700℃、より好ましくは550～650℃の範囲である。処理温度が低すぎると保磁力の復帰が不十分となりヒステリシス損失が大きくなって総損失が大きくなる。処理温度が高すぎると、絶縁被膜が熱的に破壊されて絶縁不十分となり、渦電流損失が大きくなる。処理時間、すなわち、上記温度範囲内を通過する時間あるいは上記温度範囲内の一定の温度に保持する時間は、好ましくは10分間～3時間の範囲である。処理時間が短すぎると焼鈍効果が不十分となりやすく、長すぎると絶縁破壊が生じやすくなる。

50 【0030】加熱処理は、強磁性金属粉末の酸化による

磁束密度の低下を防ぐために、窒素等の非酸化性雰囲気中で行なう。

【 0 0 3 1 】加熱処理後、必要によりコアに樹脂等を含浸させてもよい。樹脂を含浸させることにより、さらに強度が向上する。含浸に用いられる樹脂としては、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、シリコーン樹脂、アクリル樹脂等が挙げられ、中でもフェノール樹脂等が好ましい。これらの樹脂は、エタノール、アセトン、トルエン、ピロリドン等の溶媒に溶解して用いてもよい。

【 0 0 3 2 】コアに樹脂を含浸させる方法としては、コアをパット等の容器上に載置し、この容器内に樹脂と溶媒との混合溶液〔例えばフェノール樹脂 1 0 %エタノール溶液〕を流し込み、コアが完全に隠れるようにする。そのままの状態ですべて 1 ～ 3 0 分程度保持した後、コアを取り出し、周囲に付着した樹脂溶液をある程度排除し、加熱処理を行う。加熱処理は、先ず、オープン等を用いて、大気雰囲気下、8 0 ～ 1 2 0 ℃前後に昇温して 1 ～ 2 時間程度保持する。さらに、1 3 0 ～ 1 7 0 ℃前後に昇温し、1 . 5 ～ 3 時間程度保持し、その後 1 0 0 ～ 6 0 ℃前後に降温して 0 . 5 ～ 2 時間程度保持する。

【 0 0 3 3 】加熱処理後、または樹脂含浸後必要に応じ、巻線との絶縁性を確保するための絶縁膜形成、巻線、コア半体同士の組み付け、ケース装入などを行なう。

【 0 0 3 4 】なお、圧粉コア中の強磁性粉末の粒度分布は、原料粉末のものと同様である。

【 0 0 3 5 】このような圧粉コアは、トランスやインダクタ等の磁心、モーター用コア、その他の電磁部品に好適に使用される。

【 0 0 3 6 】

【実施例】以下、本発明の具体的実施例を示し、本発明をさらに詳細に説明する。

<実施例 1>焼鈍済みの市販のアトマイズ鉄粉末（ヘガネス社製、商品名 A B C 1 0 0 . 3 0 ）に、日産化学（株）製 Z r O<sub>2</sub> ゼル（N Z S - 3 0 A ）：平均粒径 6

表 1

| No.     | 絶縁材                  | 添加量<br>(vol%) | 樹脂 | 樹脂量 | H c<br>(Oe) | B (100)<br>(kG) | コアロス |      |      | 密度    | $\mu$ i 1 | $\mu$ i 100 |
|---------|----------------------|---------------|----|-----|-------------|-----------------|------|------|------|-------|-----------|-------------|
|         |                      |               |    |     |             |                 | Pcv  | Phv  | Pev  |       |           |             |
| 1 (比較)  | ZrO <sub>2</sub> 粉末* | 0.25          | —  | —   | 2.84        | 18.40           | 3656 | 1539 | 1419 | 7.808 | 129       | 7           |
| 2 (比較)  | ZrO <sub>2</sub> 粉末* | 0.5           | —  | —   | 2.83        | 16.10           | 3274 | 1360 | 1342 | 7.603 | 137       | 8           |
| 3 (比較)  | ZrO <sub>2</sub> 粉末* | 1.0           | —  | —   | 2.81        | 15.70           | 2729 | 1009 | 1348 | 7.597 | 151       | 8           |
| 4       | ZrO <sub>2</sub> ゼル  | 0.25          | —  | —   | 2.63        | 15.35           | 1026 | 402  | 611  | 7.573 | 186       | 14          |
| 5       | ZrO <sub>2</sub> ゼル  | 0.5           | —  | —   | 2.38        | 13.63           | 539  | 358  | 179  | 7.444 | 119       | 25          |
| 6       | ZrO <sub>2</sub> ゼル  | 1.0           | —  | —   | 2.58        | 14.08           | 590  | 375  | 212  | 7.531 | 169       | 23          |
| 7 (比較)  | TiO <sub>2</sub> 粉末* | 0.25          | —  | —   | 2.83        | 16.33           | 4084 | 1749 | 1136 | 7.609 | 79        | 7           |
| 8 (比較)  | TiO <sub>2</sub> 粉末* | 0.5           | —  | —   | 2.86        | 16.15           | 4238 | 1842 | 1114 | 7.603 | 77        | 6           |
| 9 (比較)  | TiO <sub>2</sub> 粉末* | 1.0           | —  | —   | 2.79        | 15.83           | 4008 | 1703 | 1132 | 7.587 | 80        | 7           |
| 10 (比較) | TiO <sub>2</sub> 粉末* | 4.0           | —  | —   | 2.63        | 13.63           | 2245 | 754  | 1317 | 7.440 | 100       | 9           |
| 11      | TiO <sub>2</sub> ゼル  | 0.25          | —  | —   | 2.61        | 15.30           | 588  | 360  | 224  | 7.572 | 191       | 21          |
| 12      | TiO <sub>2</sub> ゼル  | 0.5           | —  | —   | 2.58        | 14.68           | 631  | 365  | 183  | 7.549 | 176       | 24          |

\* は範囲外を表す

【 0 0 4 0 】上記表 1 に示される結果から、本発明の効果が明らかである。すなわち、本発明範囲のゼルを使用

2 nm、T i O<sub>2</sub> ゼル（T A - 1 5 ）：平均粒径 5 ～ 5 0 nm を先ず pH 7 に調整し、水溶媒からエタノール溶媒に置換した分散物を添加したものを、それぞれ表 1 に示すように秤量し、ライカイ機を用いて室温で 3 0 分間混合した。次いで、大気雰囲気下 2 0 0 ℃で 3 0 分間乾燥をおこない圧粉用強磁性粉末を得た。この圧粉用強磁性粉末中に、潤滑剤として日東化成工業（株）製ステアリン酸亜鉛を 0 . 2 wt% 加え、V ミキサーにて 1 5 分間混合し、1 . 5 トン/cm<sup>2</sup> で、外径：1 7 . 5 4 mm、内径：1 0 . 1 9 5 mm、高さ約 6 mm のトロイダル形状に成型した。また、比較例として、前記ゼルに変えて第 1 希元素化学工業（株）製 Z r O<sub>2</sub> 粉末（H S Y - 3 . 0 B ）：平均粒径 0 . 5 3 μ m、東邦チタニウム（株）製 T i O<sub>2</sub> 粉末（気流粉碎品）：平均粒径 1 μ m をそれぞれ用い、各コアサンプルを得た。得られた各コアサンプルを、窒素雰囲気中、6 0 0 ℃で 1 時間加熱処理を行った。

【 0 0 3 7 】また、各コアサンプルについて、1 0 0 0 e の磁界を印加したときの磁束密度 { B (100) }、保磁力 (Hc)、それぞれ 1 0 0 0 mT におけるヒステリシス損失 (Ph)、渦電流損失 (Pe) およびコア損失 (Pc) を求めた。なお、損失は、4 5 0 Hz および 1 0 0 0 Hz で測定した。磁束密度および保磁力は横河電機（株）直流 B H トレーサー 3 2 5 7 型、コア損失は岩崎通信機（株）B H アナライザー S Y - 8 2 3 2 を用いて測定した。これらの結果を表 1 に示す。

【 0 0 3 8 】また、外径 1 7 . 5 4 mm、内径 1 0 . 1 9 5 mm、高さ 6 mm のトロイダル状のサンプルを上記と同様にして作製し、成形体（熱処理前）の強度を求めた。強度は、青木エンジニアリング製の机上デジタル荷重試験機を用いてサンプルの圧壊強度試験を行い評価した。その結果、本発明のサンプルはいずれも圧壊強度 1 6 MPa 以上と良好な値を示した。

【 0 0 3 9 】

【表 1】

したコアサンプルはジルコニウム粉末、チタニウム粉末を使用したコアサンプルよりもコアロスが格段に低下し

ている。

【 0 0 4 1 】 < 実施例 2 > 実施例 1 において、耐熱性樹脂として、信越化学（株）製シリコン樹脂（K R 1 5 3）〔重量平均分子量 2 6 0 0、熱分解温度 6 0 0℃付近、減量分約 3 0 %〕、昭和高分子（株）製フェノール樹脂（E L S 5 7 2）〔数平均分子量 2 5 0、熱分解温

度 6 0 0℃付近、減量分約 3 0 %〕を用意し、絶縁材および耐熱性樹脂を表 2 に示すように秤量し、実施例 1 と同様にしてコアサンプルを得、実施例 1 と同様にして評価した。結果を表 2 に示す。

【 0 0 4 2 】

【表 2】

| No. | 絶縁材                 | 添加量<br>(vol%) | 樹脂    | 樹脂量<br>(vol%) | H c<br>(Oe) | B (100)<br>(kG) | コアロス |     |     | 密度    | $\mu$ i 1 | $\mu$ i 100 |
|-----|---------------------|---------------|-------|---------------|-------------|-----------------|------|-----|-----|-------|-----------|-------------|
|     |                     |               |       |               |             |                 | Pcv  | Phv | Pev |       |           |             |
| 21  | ZrO <sub>2</sub> ゾル | 0.25          | —     | —             | 2.83        | 15.35           | 1026 | 402 | 611 | 7.573 | 186       | 14          |
| 22  | ZrO <sub>2</sub> ゾル | 0.25          | シリコーン | 1.2(0.2)      | 2.50        | 15.33           | 613  | 360 | 250 | 7.559 | 190       | 19          |
| 23  | ZrO <sub>2</sub> ゾル | 0.25          | シリコーン | 2.4(0.4)      | 2.50        | 15.23           | 636  | 369 | 263 | 7.528 | 189       | 19          |
| 24  | ZrO <sub>2</sub> ゾル | 0.5           | —     | —             | 2.38        | 13.63           | 539  | 356 | 179 | 7.444 | 119       | 25          |
| 25  | ZrO <sub>2</sub> ゾル | 0.5           | シリコーン | 1.2(0.2)      | 2.54        | 14.53           | 609  | 370 | 235 | 7.524 | 134       | 19          |
| 26  | ZrO <sub>2</sub> ゾル | 0.5           | シリコーン | 2.4(0.4)      | 2.50        | 14.80           | 686  | 373 | 318 | 7.506 | 137       | 16          |
| 27  | ZrO <sub>2</sub> ゾル | 1.0           | —     | —             | 2.58        | 14.08           | 580  | 375 | 212 | 7.531 | 189       | 23          |
| 28  | ZrO <sub>2</sub> ゾル | 1.0           | シリコーン | 1.2(0.2)      | 2.50        | 13.13           | 482  | 368 | 110 | 7.455 | 114       | 33          |
| 30  | ZrO <sub>2</sub> ゾル | 1.0           | フェノール | 1.2(0.2)      | 2.54        | 13.15           | 470  | 370 | 100 | 7.455 | 110       | 40          |

樹脂量のかっこ内の数字は（wt%）を表す。

【 0 0 4 3 】 < 実施例 3 > 表 3 に示すように、比較例として S i O<sub>2</sub> ゾルを添加したものを用意し、実施例 1 と同様にしてコアサンプルを作製して評価した。結果を表

3 に示す。

【 0 0 4 4 】

【表 3】

| No.    | 絶縁材                  | 添加量<br>(vol%) | 樹脂    | 樹脂量<br>(vol%) | コアロス |     |     |
|--------|----------------------|---------------|-------|---------------|------|-----|-----|
|        |                      |               |       |               | Pcv  | Phv | Pev |
| 31     | ZrO <sub>2</sub> ゾル  | 0.5           | シリコーン | 1.2(0.2)      | 609  | 370 | 235 |
| 32     | TiO <sub>2</sub> ゾル  | 0.5           | シリコーン | 1.2(0.2)      | 800  | 379 | 214 |
| 33(比較) | SiO <sub>2</sub> ゾル* | 0.5           | シリコーン | 1.2(0.2)      | 744  | 367 | 376 |

\* は範囲外を表す。樹脂量のかっこ内の数字は（wt%）を表す。

【 0 0 4 5 】 表 3 から明らかなように、本発明のサンプルは S i O<sub>2</sub> ゾルを用いたものと比較して、コアロスが低い値を示し、さらに低損失化されていることがわかる。

【 0 0 4 6 】 < 実施例 4 > 実施例 1 において、焼鈍済みの市販の鉄粉末をアトマイズ粉（A B C 1 0 0、3 0）から電解鉄粉（古河機械金属社製）に代えて、実施例 1 と同様にして Z r O<sub>2</sub> ゾル（添加量 0. 5 vol%）と、T i O<sub>2</sub> ゾル（添加量 0. 5 vol%）のコアサンプルを得、以下のようにして樹脂を含浸させた。

【 0 0 4 7 】 フェノール樹脂（E L S - 5 7 2）1 0 % エタノール溶液を用い、上記コアサンプルをバット上にならべて、前記フェノール樹脂溶液をコアサンプルが完全に隠れるまで注ぎ込んだ。そのまま 3 分間放置し、その後コアサンプルを取り出して網状の台に置いて余分な樹脂溶液を除去した。次いで、オープン内に移し、大気雰囲気下 1 0 0℃に昇温して 1. 5 時間保持した後、さらに 1 5 0℃まで温度を上げて 2 時間保持した。次いで、温度を 8 0℃にまで下げて 1 時間保持し、樹脂を含浸させたコアサンプルを得た。

【 0 0 4 8 】 得られたコアサンプルについて、樹脂を含

30 浸する前のサンプル（熱処理後）とともに、実施例 1 と同様にして圧環境度について評価したところ、以下に示すような結果を得た。

【 0 0 4 9 】

Z r O<sub>2</sub> ゾル：熱処理後 1 6. 1 7 (MPa) ；含浸後 8 4. 0 3 (MPa)

T i O<sub>2</sub> ゾル：熱処理後 3 0. 5 1 (MPa) ；含浸後 8 6. 8 4 (MPa)

【 0 0 5 0 】 上記結果から明らかなように、圧環境度は樹脂含浸前のサンプルと比較して、2. 8 ～ 5 倍程度向上していた。また、コアロス等他の特性は実施例 1 とほぼ同様の結果を得た。

【 0 0 5 1 】

【発明の効果】 以上のように本発明によれば、高磁束密度、低保磁力、低損失であって、機械的強度の高い圧粉コア、そのための強磁性粉末、およびその製造方法が実現可能となった。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 モータのステータコアの一例を示す斜視図である。

【符号の説明】

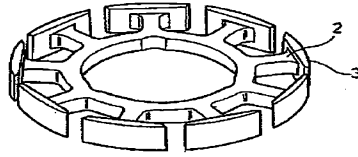
50

2   スロット

11

3   磁極

【図 1】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>°</sup>  
B 2 2 F    3/26                      識別記号

F I  
B 2 2 F    3/26                      H

(72) 発明者    岡田   和弘  
東京都中央区日本橋一丁目 13 番 1 号   ティ  
ーディーケイ株式会社内

(72) 発明者    茂呂   英治  
東京都中央区日本橋一丁目 13 番 1 号   ティ  
ーディーケイ株式会社内

(72) 発明者    山口   紀繁  
東京都中央区日本橋一丁目 13 番 1 号   ティ  
ーディーケイ株式会社内